

## PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 05-197950

(43)Date of publication of application : 06.08.1993

(51)Int.Cl.

G11B 5/82

(21)Application number : 04-008444

(71)Applicant : TEIJIN LTD

(22)Date of filing : 21.01.1992

(72)Inventor : KOBAYASHI IEYASU

HAMANO HISASHI

NAKAJO TAKAO

ECCHU MASAMI

## (54) FLOPPY DISK

## (57)Abstract:

PURPOSE: To obtain the magnetic head which is good in follow-up characteristic and is stable in output by providing projections of a prescribed height by as much as a prescribed number on the surface of a film and specifying the average refractive index to the values of a prescribed range.

CONSTITUTION: A biaxially oriented polyethylene terephthalate film is formed as a nonmagnetic substrate and magnetic layers are provided on both surfaces of the substrate. The projections of the height  $h$  nm are provided by as much as the numbers expressed by equation I to equation III on the surfaces of the film. Further, the average refractive index  $n_A$  is specified to the values expressed by equation IV. The thermal shrinkage when the film is heat treated without load for 72 hours in an atmosphere kept at 60° C and 80% RH is  $\leq 0.2\%$  in all the directions within the film plane and the coefft. of thermal expansion is specified to the values within a range of  $(7 \text{ to } 25) \times 10^{-6}/^{\circ}\text{C}$ . The coefft. of humidity expansion is specified to the values within a range of 0 to  $16 \times 10^{-6}/\%RH$ . The sag of the film is  $\leq 15\text{mm}$  and the uneven thickness of the film is confined to  $\leq 3\%$ . As a result, the floppy disk having the good handling workability of the base film and stable output is obtd.

## LEGAL STATUS

[Date of request for examination] 06.07.1998

[Date of sending the examiner's decision of rejection] 09.01.2001

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number] 3350077

[Date of registration] 13.09.2002

[Number of appeal against examiner's decision of] 2001-01650

(19)日本国特許庁(JP)

(12)公開特許公報(A)

(11)特許出願公開番号

特開平5-197950

(43)公開日 平成5年(1993)8月6日

(51)Int.Cl.<sup>5</sup> 識別記号 庁内整理番号 FI 技術表示箇所  
G11B 5/82 7303-5D

審査請求 未請求 請求項の数1(全 9 頁)

(21)出願番号	特願平4-8444	(71)出願人	000003001 帝人株式会社 大阪府大阪市中央区南本町1丁目6番7号
(22)出願日	平成4年(1992)1月21日	(72)発明者	小林 家康 神奈川県相模原市小山3丁目37番19号 帝人株式会社相模原研究センター内
		(72)発明者	浜野 久 神奈川県相模原市小山3丁目37番19号 帝人株式会社相模原研究センター内
		(72)発明者	中條 隆雄 神奈川県相模原市小山3丁目37番19号 帝人株式会社相模原研究センター内
		(74)代理人	弁理士 前田 純博
		最終頁に続く	

(54)【発明の名称】 フロッピーディスク

(57)【要約】 (修正有)

【目的】 基材フィルムの熱収縮、温度及び湿度の膨脹係数を調整してトラッキングミス回避し、フィルムの表面性及び平面性、厚み斑を改良して高密度記録のフロッピーディスクを提供する。

【構成】 二軸配向PETフィルムからなる非磁性基板の両面に磁性層を設けてなるフロッピーディスクであつ\*

＊て、フィルムはその表面の突起の高さ[h(単位nm)]の数が下記1式の範囲にあり、平均屈折率nAが下記2式を満足し、72時間無荷重で熱処理後の熱収縮率が0.2%以下、温度膨脹係数が(7~25)×10<sup>-6</sup>/°Cの範囲内、湿度膨脹係数が0~16×10<sup>-6</sup>/%RHの範囲内、フィルムのたるみが15mm以下、フィルムの厚み斑が3%以下である。

$$\left. \begin{array}{l} 1 \leq h < 50 \cdots \cdots 2000 \sim 10000 \text{個/mm}^2 \\ 50 \leq h < 100 \cdots \cdots 0 \sim 2000 \text{個/mm}^2 \\ 100 \leq h \cdots \cdots 0 \sim 300 \text{個/mm}^2 \end{array} \right\} \cdots (1)$$
$$1.603 \leq nA \leq 1.605 \cdots \cdots (2)$$

$$\begin{array}{l}
 1 \leq h < 50 \dots\dots\dots 2000 \sim 10000 \text{個/mm}^2 \\
 50 \leq h < 100 \dots\dots\dots 0 \sim 2000 \text{個/mm}^2 \\
 100 \leq h \dots\dots\dots 0 \sim 300 \text{個/mm}^2
 \end{array} \left. \vphantom{\begin{array}{l} 1 \leq h < 50 \\ 50 \leq h < 100 \\ 100 \leq h \end{array}} \right\} \dots (1)$$

$$1.603 \leq n_A \leq 1.605 \dots\dots\dots (2)$$

【0008】本発明においてフィルムを構成するポリエチレンテレフタレートは、共重合されていないポリエチレンテレフタレートホモポリマーのみならず、繰り返し単位の数の85%以上がエチレンテレフタレート単位からなり、残りが他の成分からなる共重合ポリエチレンテレフタレートや、ポリエチレンテレフタレートが85重量%以上（好ましくは90重量%以上）を占め、他の重合体が15重量%以下（好ましくは10重量%以下）であるようなポリマー・ブレンドを含むものである。ブレンドできる他の重合体としては、ポリアミド、ポリオレフィン、他種ポリエステル等を例示できる。また前記ポリエチレンテレフタレートは、必要に応じて、滑剤、艶消剤、着色剤、安定剤を、酸化防止剤などを含有するものであってもよい。

【0009】このようなポリエチレンテレフタレートは、通常熔融重合による公知の方法で製造される。この際、触媒等の添加剤を、必要に応じて、任意に使用することができる。

【0010】本発明の二軸配向フィルムは、基本的に従\*

$$\begin{array}{l}
 1 \leq h < 50 \dots\dots\dots 2000 \sim 10000 \text{個/mm}^2 \\
 50 \leq h < 100 \dots\dots\dots 0 \sim 2000 \text{個/mm}^2 \\
 100 \leq h \dots\dots\dots 0 \sim 300 \text{個/mm}^2
 \end{array} \left. \vphantom{\begin{array}{l} 1 \leq h < 50 \\ 50 \leq h < 100 \\ 100 \leq h \end{array}} \right\} \dots (1)$$

で示される範囲にあることが必要である。好ましくは下記(1-2)式

$$\begin{array}{l}
 1 \leq h < 50 \dots\dots\dots 3000 \sim 9000 \text{個/mm}^2 \\
 50 \leq h < 100 \dots\dots\dots 0 \sim 1500 \text{個/mm}^2 \\
 100 \leq h \dots\dots\dots 0 \sim 200 \text{個/mm}^2
 \end{array} \left. \vphantom{\begin{array}{l} 1 \leq h < 50 \\ 50 \leq h < 100 \\ 100 \leq h \end{array}} \right\} \dots (1-2)$$

で示される範囲にあり、さらに好ましくは下記(1-3)式

$$\begin{array}{l}
 1 \leq h < 50 \dots\dots\dots 3000 \sim 8000 \text{個/mm}^2 \\
 50 \leq h < 100 \dots\dots\dots 0 \sim 500 \text{個/mm}^2 \\
 100 \leq h \dots\dots\dots 0 \sim 100 \text{個/mm}^2
 \end{array} \left. \vphantom{\begin{array}{l} 1 \leq h < 50 \\ 50 \leq h < 100 \\ 100 \leq h \end{array}} \right\} \dots (1-3)$$

で示される範囲にあり、特に好ましくは下記(1-4)式

\* 来から蓄積された公知の製膜方法で製造できる。例えば乾燥ポリエチレンテレフタレートを溶融押出し、キャスティングドラム上で冷却して未延伸フィルムを得、さらに該未延伸フィルムを逐次または同時二軸延伸し、熱固定する方法で製造することが出来る。

【0011】前記二軸配向フィルムの厚さは、通常25~125 $\mu$ m、好ましくは50~100 $\mu$ m程度の範囲から選ばれる。もっとも、この厚さの範囲に限定されるものではない。

【0012】本発明においては、前記二軸配向フィルムの表面に形成された突起高さと突起の数は特定の範囲にあることが、フロッピーディスクとしたときドロップアウトの発生がなく、電磁変換特性に優れ、またフィルムの取扱い性が良好となることが明らかになった。従って、本発明のフィルムはその表面に形成された突起の高さ[h(単位nm)]の数が、下記(1)式

【0013】  
【数3】

※【0014】  
※ 【数4】

★【0015】  
★ 【数5】

【0016】  
【数6】

再生時に出力変動がみられ、またスペーシングロスが大きくなって出力が不十分となり、好ましくない。

【0025】前記(2)式を満足する平均屈折率をフィルムに付与するには、延伸条件及び熱固定温度を適宜選択することが好ましい。具体的には、延伸方法は公知の方法でよく、延伸温度は通常80～140℃であり、延伸倍率は縦方向に3.0～5.0倍、好ましくは3.5～4.3倍、横方向に3.0～5.0倍、好ましくは3.5～4.5倍を選択する。得られた二軸延伸フィルムを150～260℃、好ましくは180～250℃で

1～100秒熱固定する。これら延伸条件及び熱固定温度を適宜選択することによって、平均屈折率 $n_A$ が(2)式で示される範囲のフィルムが得られる。しかし、本発明による二軸配向フィルムは、このような方法で得られたもののみに限られない。延伸方法としては一般的なロールやステンターを用いて縦横同時に延伸する方法や縦横方向また縦横方向に各々逐次に延伸する方法、また縦横方向に2段以上延伸する方法を用いてもよい。

【0026】本発明における二軸配向ポリエチレンテレフタレートフィルムは、その面内のあらゆる方向における60℃・80%RHの雰囲気中で72時間無荷重で熱処理したときの熱収縮率が0.2%以下であることが必要である。好ましくは0.15%以下、さらに好ましくは0.1%以下である。フィルムの熱収縮率が0.2%をこえると、フロッピーディスクを高温高湿下に置いた場合、磁気ヘッドと記録トラックのずれが起こり、トラッキングミスが発生し、ディスクがカールあるいは反りを生じ、磁気記録ヘッドと均一なコンタクトを保つことが出来ず、保磁力や再生出力の低下を生じたり、ディスクに著しい摩耗を生じる。

【0027】60℃・80%RH、72時間の熱収縮率を下げる手段としては、延伸後の熱処理温度を上げることが一般的である。熱処理は150～230℃程度である。熱処理中はフィルムの平坦性が保てる範囲で収縮させてもよい。ただし、熱処理温度をあまり上げすぎると機械的特性が悪化する結果となり、また磁気記録媒体加工工程中でのすりキズ発生が多くなり、その削れ粉がディスクの磁性面に付着して、ドロップアウトの原因となる。この熱収縮率を下げる別の手段として、速度差を持った2つのロール間にフィルムを通し、ポリエチレンテレフタレートのガラス転移温度( $T_g$ )以上の温度をかけて弛緩処理する方法が挙げられる。更に別の手段として、エージング処理を施す方法が挙げられる。エージング処理は40～70℃程度でフィルムロールのまま、理想的にはディスクに近いスリットされたフィルム(シート)のまま、長時間(10～200時間)低緊張下で処理するとよい。これらの熱処理やエージング処理の条件はフィルムの低温寸法安定性を比較しながら選択するとよい。しかしながら、60℃・80%RH、72時間の

熱収縮率を下げる手段として、これら方法に限定されるものではない。

【0028】本発明における二軸配向ポリエチレンテレフタレートフィルムは、その面内のあらゆる方向における温度膨張係数が $(7\sim25)\times10^{-6}/^{\circ}\text{C}$ の範囲内にあり、かつ湿度膨張係数が $0\sim16\times10^{-6}/\%RH$ の範囲内にあることが必要である。かかる温度及び湿度膨張係数は延伸条件及び熱固定温度を適宜選択することによって達成される。具体的には、前記した延伸、熱固定温度を採用するとよい。その際、ボーイングを抑制する手段を採用するのが好ましい。このようにして温度・湿度膨張係数の面内異方性を小さくすることにより、トラックずれをさらに小さく抑えることが出来、広い温度・湿度範囲での使用が可能となる。このフィルムにより記録密度が高密度化されたフロッピーディスクが得られる。

【0029】本発明における二軸配向ポリエチレンテレフタレートフィルムは、フィルムたるみが15mm以下である必要があり、好ましくは10mm以下である。フィルムのたるみが15mmを越えるときは、磁気バインダーの塗布加工時や蒸着加工時に磁性層の斑が発生したり、磁気抜けが発生し、再生時に出力低下がみられる。フィルムたるみを小さくする手段としては、例えば延伸、熱処理後の二軸配向フィルムをガラス転移点近くの温度で、冷却する方法が挙げられる。このときの冷却温度はフィルムのたるみを比較しながら調整するとよい。

【0030】本発明における二軸配向ポリエチレンテレフタレートフィルムは、上述したフィルム特性とともに、フィルム厚み斑が3%以下である必要があり、好ましくは2%以下、さらに好ましくは1%以下である。フィルムの厚み斑が3%を越えると、磁気記録層の高密度薄膜化にともない、磁気バインダーの塗布加工時や蒸着加工時に磁性層の斑が発生したり、磁気抜けが発生し、再生時に出力変動がみられ、またスペーシングロスが大きくなり、出力が不十分となる。厚み斑を小さくする手段としてはダイスのリップ間隔の調整または該リップ温度の調整、縦及び横延伸倍率・延伸温度の調整などが挙げられるが、これらの手段に限定されるわけではなく、縦及び横方向厚み斑のパターンを見ながら調整するとよい。

【0031】本発明における磁性層としては、 $\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$ 、Co含有 $\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$ 、微細針状鉄分、バリウムフェライト粉末等公知の強磁性体を塗設せしめたものであってもよく、また、Co、Ni、Cr、Fe、またはこれらの合金を真空蒸着、スパッタ、イオンプレーティング、C.V.D(Chemical Vapour Deposition)、または無電解メッキなどの方法を用いることによって形成せしめたものであってもよい。

【0032】本発明のフロッピーディスクは、基板フィ

n、張力2kgで100mmの間隔で設置した2本の平行したフリーロール上を走行させ、2本のロール間の中央位置でフィルム端部のたるみ長さ(mm)をスケールで読み取る。

【0045】(10)平均信号振幅

JISC 6291に準じて測定。初期の値と同一トラックについて1000万回バスの耐久テスト後の値を求め、測定値に対して合格、不合格を判定する。

【0046】

【実施例1】平均粒径0.65μmのシリカ粒子を0.3重量%含有した固有粘度0.65dl/g(オルソクロロフェノールを溶媒として用い、25℃で測定した値)のポリエチレンテレフタレート(160℃で乾燥した後、280℃で溶融押出し、40℃に保持したキャストリングドラム上で急冷固化せしめて約1000μmの厚みの未延伸フィルムを得た。

【0047】この未延伸フィルムを速度差をもった2つのロール間で90℃の温度で縦方向に3.7倍延伸し、さらにテンターによって横方向に3.8倍延伸し、続いて230℃で30秒熱処理した後、90℃で15秒間冷却し、まきとった。このようにして厚み75μmの二軸配向ポリエチレンテレフタレートフィルムを得た。

【0048】続いて、この二軸配向フィルムに、下記組成の磁性塗料を5μmの厚さに塗布した。

【0049】(磁性塗料)

γ-Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 200重量部

塩化ビニール-酢酸ビニール共重合樹脂

(UCC製VAGH) 30重量部

ポリウレタン(日本ポリウレタン工業製PP-88)

20重量部

イソシアネート化合物(日本ポリウレタン

工業製コロネートHL) 40重量部

カーボン(平均サイズ0.5μφ) 20重量部

ジメチルシクロキサン 2重量部

トルエン 70重量部

メチルエチルケトン 70重量部

シクロヘキサノン 70重量部

【0050】上記塗料を十分に混合攪拌し、前記二軸配向ポリエチレンテレフタレートフィルム上に塗布してから、カレンダーロール処理を施した。この後、外径20cmで内径3.8cmに切り抜き、フロッピーディスクを得た。

【0051】得られたフィルム及びフロッピーディスクの特性を表1に示す。この表から明らかなように、表面突起高さの分布が適性範囲にあるため、ベースフィルムの取扱い性が良好で、ドロップアウトの発生もない。また磁気ヘッドの追従性も良好でトラッキングミスも改善され、高温高湿雰囲気において磁気ディスクの記録再生等の使用が可能であることが分かる。更にベースフィルムのたるみと厚み斑が良好なため磁性層の斑がなく、出

力の安定したフロッピーディスクを得ることが出来る。

【0052】

【実施例2】実施例1における不活性固体粒子の代わりに、平均粒径0.2μmのアルミナ粒子を0.2重量%、平均粒径0.5μmの炭酸カルシウム粒子を0.05重量%添加した以外は実施例1と同様にして未延伸フィルムを得、該未延伸フィルムを速度差をもった2つのロール間で90℃の温度で縦方向に3.5倍延伸し、さらにテンターによって横方向に3.7倍延伸し、その後220℃で30秒間熱処理をし、続いて実施例1と同様に該フィルムを冷却した。この様にして厚み75μmのフィルムを得、実施例1と同様にして磁性塗料を塗布してフロッピーディスクを得た。

【0053】この結果を表1に示す。実施例1と同様、良好な結果が得られた。

【0054】

【実施例3】実施例1における不活性固体粒子の代わりに、平均粒径0.3μmのシリカ粒子を0.2重量%添加した以外は実施例1と同様にして未延伸フィルムを得、該未延伸フィルムを実施例2と同様に縦横方向に延伸し、熱固定処理をし、該フィルムを冷却した。さらに100℃に加熱されたオープンにより浮遊熱処理を実施し、これにより0.3%弛緩処理した。この様にして厚み75μmのフィルムを得、実施例1と同様にして磁性塗料を塗布し、フロッピーディスクを得た。

【0055】この結果を表1に示す。特に60℃の熱収縮率が低く寸法安定性に優れており、その他品質も実施例1と同様、良好な結果が得られた。

【0056】

【比較例1】実施例1における不活性粒子の代わりに平均粒径1.0μmのカオリン粒子を0.25重量%添加した以外は実施例1と同様にして未延伸フィルムを得、該未延伸フィルムを実施例2と同様に縦及び横方向に延伸した後、180℃で熱固定処理をし、該フィルムを90℃で15秒間冷却し、巻取った。この様にして厚み75μmのフィルムを得、実施例1と同様にして磁性塗料を塗布し、フロッピーディスクを得た。

【0057】この結果を表1に示す。ベースフィルム表面に50nm以上の高い突起が散在するため電磁変換特性に劣り平均信号振幅も不合格となっている。また、ベースフィルムの平均屈折率が低いこと磁気ヘッドの追従性が悪いため、出力変動が大きく、磁気ディスクとして好ましくない。

【0058】

【比較例2】実施例1における不活性粒子の代わりに平均粒径0.3μmのシリカ粒子を0.3重量%、平均粒径1.2μmの炭酸カルシウム粒子を0.05重量%添加した以外は実施例1と同様にして未延伸フィルムを得、該未延伸フィルムを実施例2と同様に縦及び横方向に延伸した後、240℃で熱固定処理をし、該フィルム

	単 位	実施例 1	実施例 2	実施例 3	比較例 1	比較例 2	比較例 3	比較例 4
ベースフィルム特性 表面突起数	個/mm <sup>2</sup>	4186	2656	8911	8024	14303	825	3199
	1 ≤ h < 50							
	50 ≤ h < 100	1498	49	0	2890	1581	0	0
	100 ≤ h	286	0	0	359	953	0	0
平均屈折率: n <sub>d</sub>	—	1.6043	1.6037	1.6048	1.6007	1.6060	1.6007	1.607
熱収縮率	%	-0.03 ~0.13	0.06 ~0.13	-0.01 ~0.01	0.24 ~0.33	-0.04 ~0.03	-0.03 ~0.13	0.13 ~0.31
温度膨脹係数	× 10 <sup>-6</sup> /°C	14~20	12~18	15~19	7~12	7~32	9~37	7~29
温度膨脹係数	× 10 <sup>-6</sup> /MRH	10~12	11~13	13~14	8~10	14~19	11~21	8~15
たるみ	mm	8	12	10	8	20	25	8
厚み斑	%	1.3	1.9	1.7	2.5	4.1	5.3	2.5
		1.3	1.7	1.6	3.2	4.9	6.3	1.3
ディスク特性								
40°C再生インパ-ブ	—	○	○	○	×	×	×	×
70%RH再生インパ-ブ	—	○	○	○	×	×	×	×
平均信号振幅								
初期値	—	合格	合格	合格	不合格	不合格	合格	不合格
1000万回パス後	—	合格	合格	合格	不合格	不合格	不合格	不合格

【0065】

【発明の結果】本発明によれば、ベースフィルムの取扱い作業性が良好で、磁気ヘッドの追従性が良好で出力が\*

\*安定しており、高温高湿下でのトラッキングミスの発生がなく、磁性層が均一なため、特に高密度記録媒体として有用なフロッピーディスクを提供することができる。

フロントページの続き

(72)発明者 越中 正己  
神奈川県相模原市小山3丁目37番19号 帝  
人株式会社相模原研究センター内